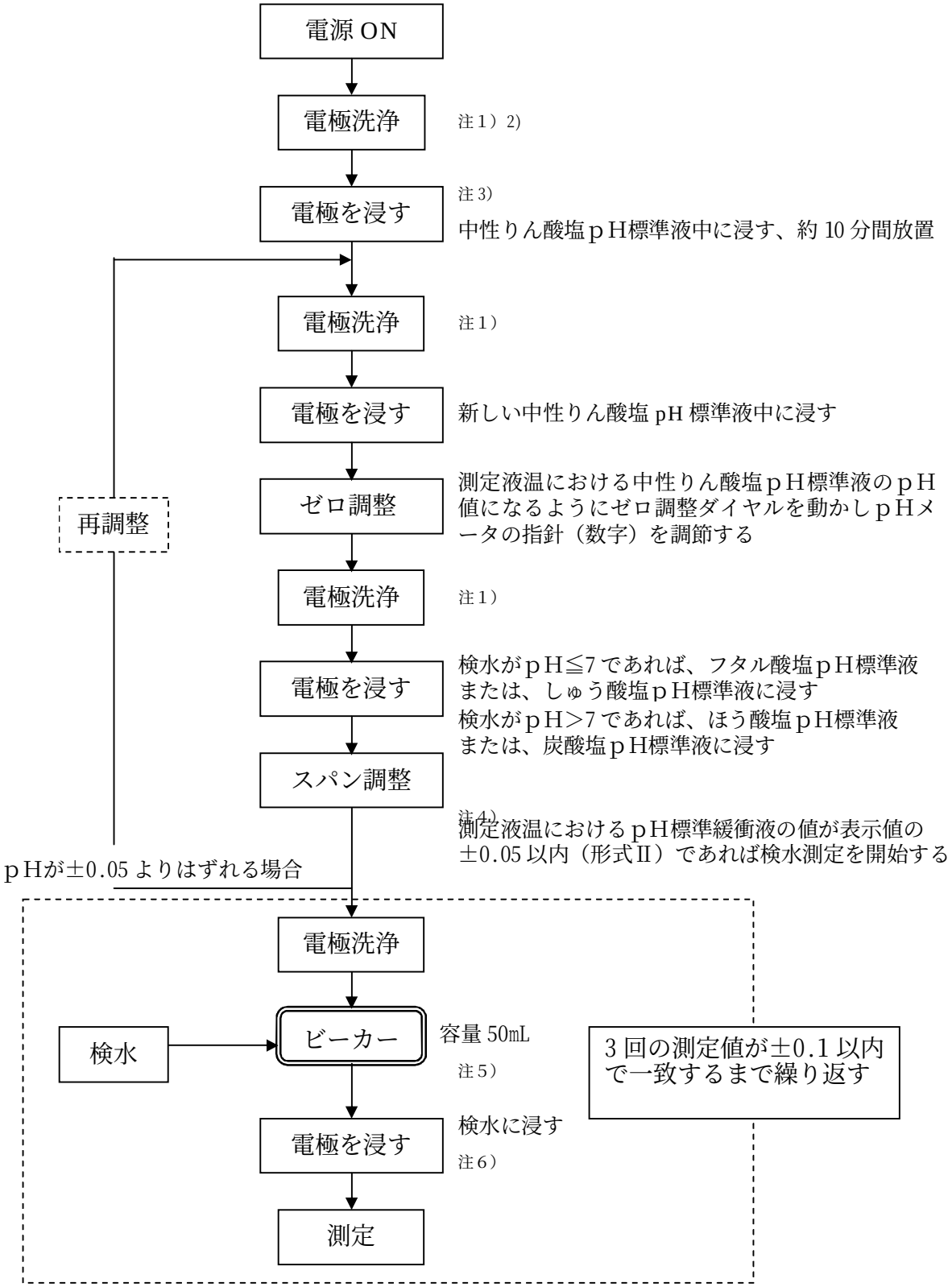
Ⅱ　付　図

・分析フロー図一覧

付図６．４．１　　ｐＨ分析フロー図
付図６．４．２　　ＥＣ（電気伝導率）分析フロー図
付図６．４．３　　アルカリ度分析フロー図
付図６．４．４　　イオンクロマトグラフによる多成分分析フロー図
付図６．４．５　　アンモニウムイオン分析フロー図
付図６．４．６　　カルシウムイオン分析フロー図
付図６．４．７　　ナトリウムイオン分析フロー図
付図６．４．８　　マグネシウムイオン分析フロー図
付図６．４．９　　カリウムイオン分析フロー図
付図６．４．１０　全アルミニウム分析フロー図
付図６．４．１１　硝酸イオン分析フロー図
付図６．４．１２　亜硝酸イオン分析フロー図
付図６．４．１３　硫酸イオン分析フロー図
付図６．４．１４　塩化物イオン分析フロー図
付図６．４．１５　りん酸イオン分析フロー図
付図６．４．１６　溶解性有機態炭素（ＤＯＣ）分析フロー図
付図６．４．１７　化学的酸素要求量(COD_{Mn})分析フロー図
付図６．４．１８　クロロフィル分析フロー図

6．4．1　pH分析フロー図

ガラス電極法



注１）ガラス電極の洗浄は十分に水で洗い、水滴をペーパータオルなどで吸い取る。（こすらないこと。特にゼロ、スパン調整後にこすると値がずれることがある。）

注２）油脂・グリースなどがガラス電極に付着すると被膜をつくり、感度が著しく低下するので、油分をよく溶かす容媒や洗剤を使い、完全に洗い落とす。ガラス電極の汚れがひどい場合は、ガラス電極を塩酸（1＋20）に短時間浸した後、水で洗浄する。

注３）ｐＨ標準液の液温を測定しておく。中性りん酸塩及びフタル酸塩、しゅう酸塩、ほう酸塩、炭酸塩の標準液の液温を室温付近で同じ温度にしておくとよい。

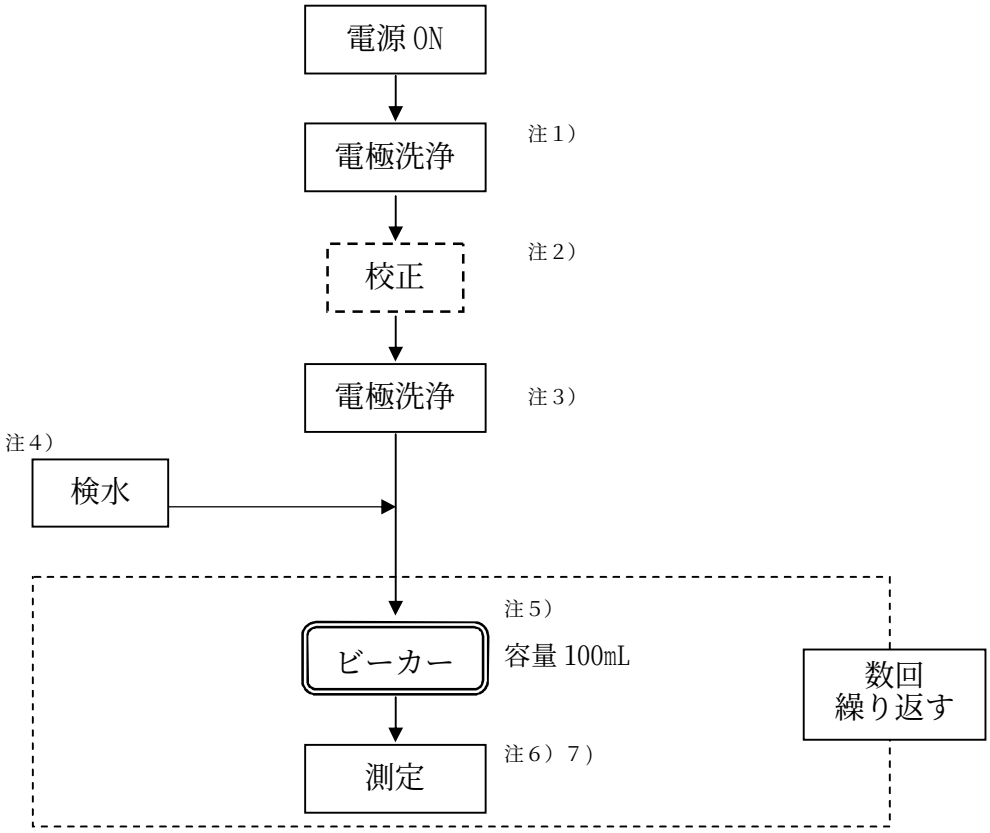
注４）測定液温におけるフタル酸塩、しゅう酸塩、ほう酸塩、炭酸塩の標準液のｐＨになるようにスパン調整ダイヤルを動かし、ｐＨメータの指針(数字)を調節する。ゼロ調整とスパン調整を交互に行い、測定値がｐＨ標準液の測定液温における表示値±0.02 以内になるまで繰り返す。

注５）検水とｐＨ標準液との温度差は±0.1℃以内とする。また、温度補償電極を使用してもよいが、その場合温度補償機能のあるｐＨメータを使用する。

注６）緩衝性の低い試料は、ｐＨが容易に変化するため 3 回の測定が±0.1 以内で安定しにくいことがある。この場合は、±0.2 以内で一致するまで測定を繰返し行う。緩衝性の低い検水には、流液形の電極を使用するとよい。浸没形のガラス電極を使用する場合には、検水でガラス電極を６～８回洗浄した後、測定する。

６．４．２　ＥＣ（電気伝導率）分析フロー図

白金黒電極法(零位法)



注１）水で十分洗浄する。

注２）電極形状の変化、固定物の付着、白金黒の剥離などがあるとセル定数がかわるので、定期的にＫＣｌを用いて校正を行う。

注３）水で２～３回洗浄し、その後検水を用いてセルを２～３回共洗いする。

注４）検水の液温を室温付近にして測定する。

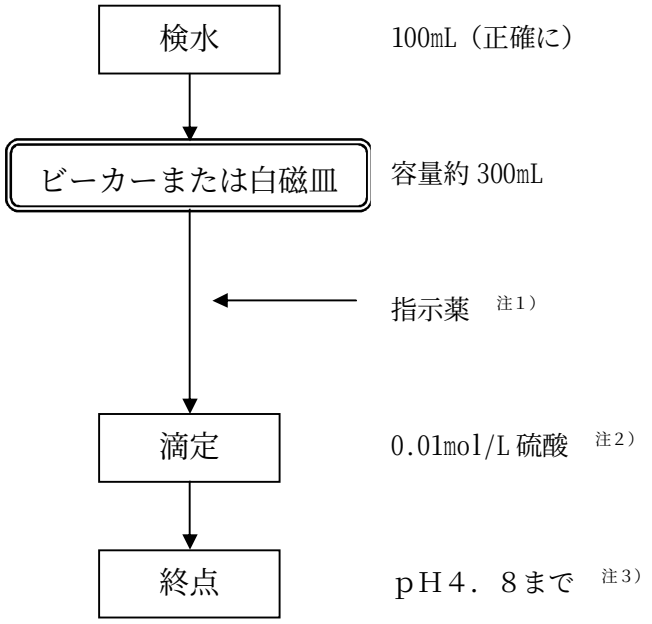
注５）恒温水槽中に浸して、セル定数測定時と同一温度範囲とすることが望ましい。

注６）測定値が±3%で一致するまで、検水を数回取り替えて測定を繰り返す。なお、得られた測定値を平均して電気伝導度(mS/m)を算出する。

注７）セルを使用しないときは、水中に浸し、白金黒が乾燥しないようにしておく。

６．４．３　アルカリ度分析フロー図

酸滴定法



注１）指示薬の代わりにｐＨ計を使用しても良い。

注２）ビュレットを使用し、マグネチックスターラーで穏やかにかき混ぜながら滴定する。

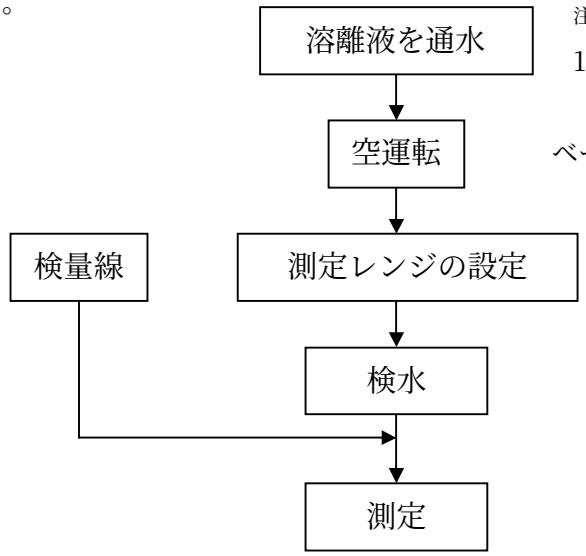
注３）指示薬を用いた場合は色の変化にて終点を判断する。(MR 指示薬を用いて、溶液の色が青から灰紫になるまで滴定する。なお終点での色の変化が判別しにくい場合は、指示薬のみ入れた比較対照液を作り、見比べながら滴定を行うとよい。)

ｐＨ計を用いた場合は、ｐＨ値が４．８になった点を終点とする。

6．4．4　イオンクロマトグラフによる多成分分析法フロー図

陽イオン

ナトリウムイオン、カリウムイオン、カルシウムイオン、マグネシウムイオンが同時に定量できる。

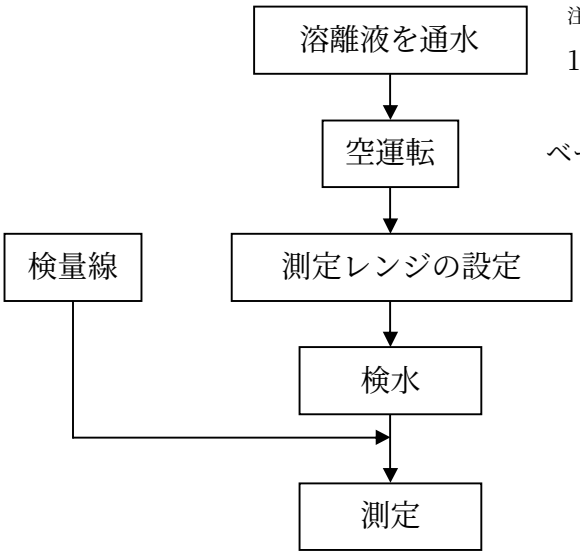


注 1）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

注 2）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

陰イオン

塩化物イオン、硫酸イオン、亜硝酸イオン、硝酸イオンが同時に定量できる。

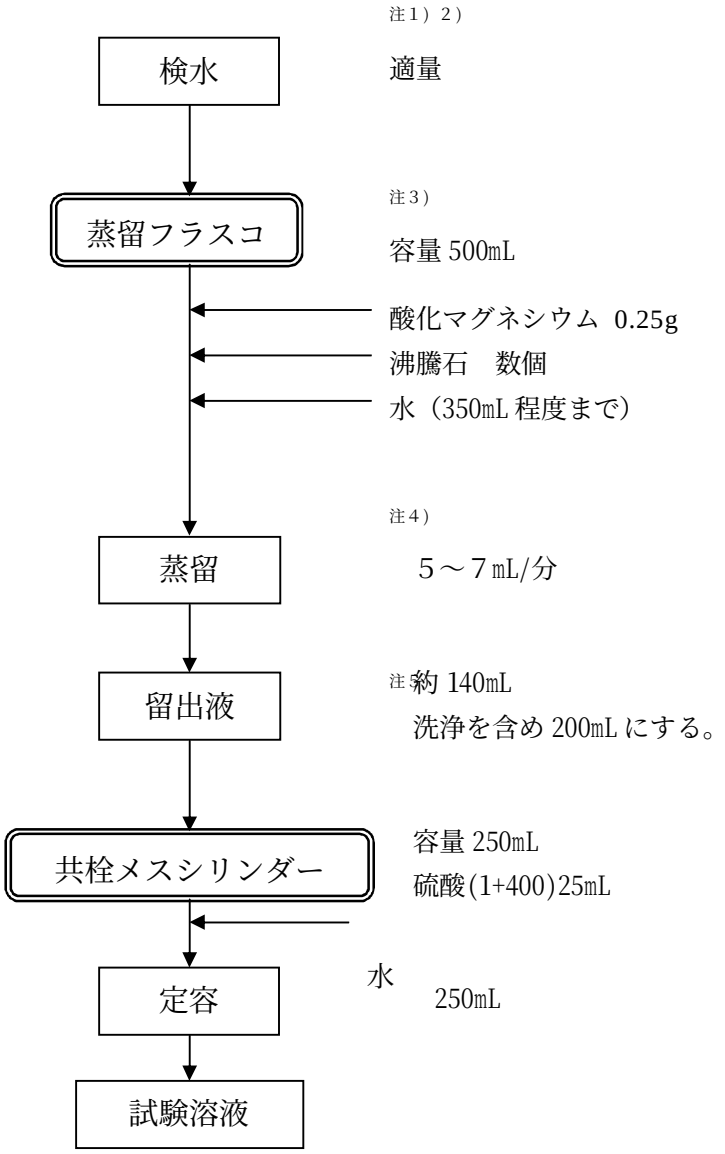


注 1）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

注 2）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

6．4．5　アンモニウムイオン分析フロー図

前処理　直接蒸留法　（インドフェノール法で妨害成分が含まれている場合に行うこと）



注１）インドフェノール法で蒸留を行う場合は、NH_4^+として 40μg 以上含むように採ること。

注２）保存のために塩酸が添加された試料では、水酸化ナトリウム溶液(40g/L)で中和(ｐH試験紙で確認する)してから次の操作を行う。

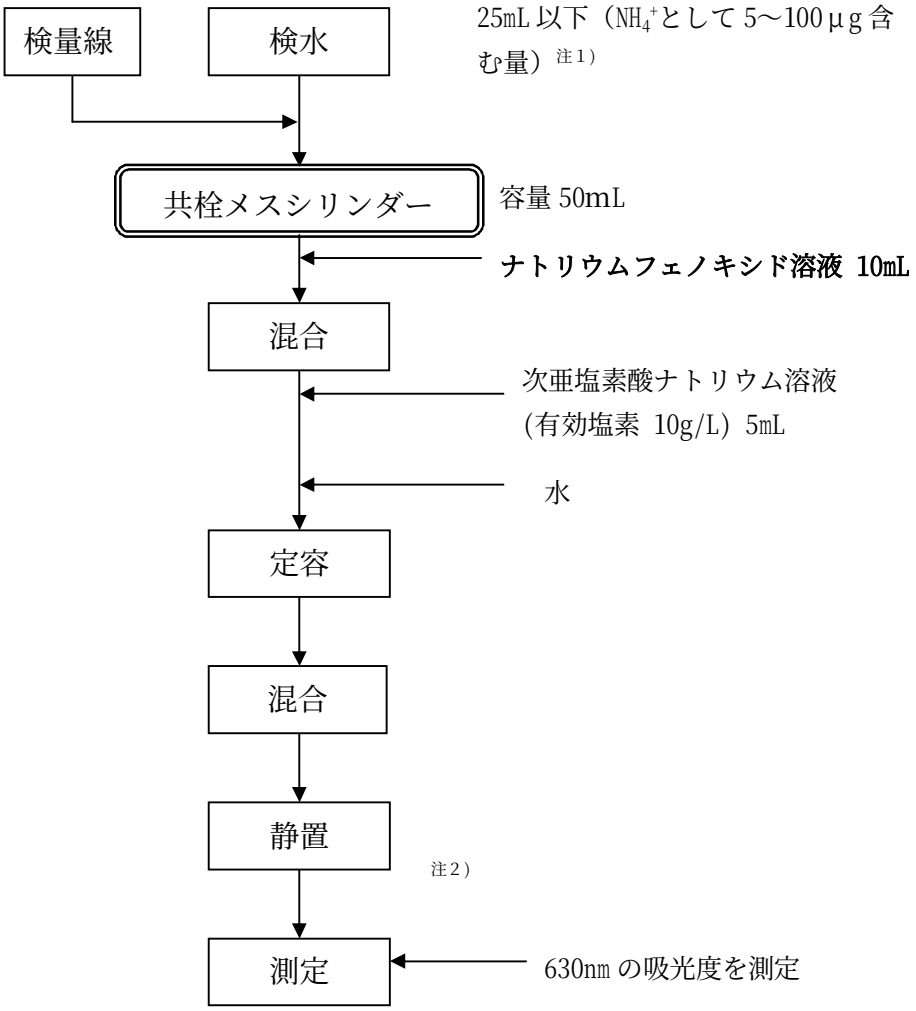
注３）蒸留器具の汚染によりブランク値が高くなる場合がある。蒸留器具を使用前に蒸気洗浄するとよい。

注４）蒸留中は冷却管の先に付けたガラス管の先端が常に液中に浸るようにする。

注５）硫酸(1+400) 25mL をあらかじめ共栓メスシリンダーに入れておき、これに留出液を受ける。

6．4．5　アンモニウムイオン分析フロー図

インドフェノール法

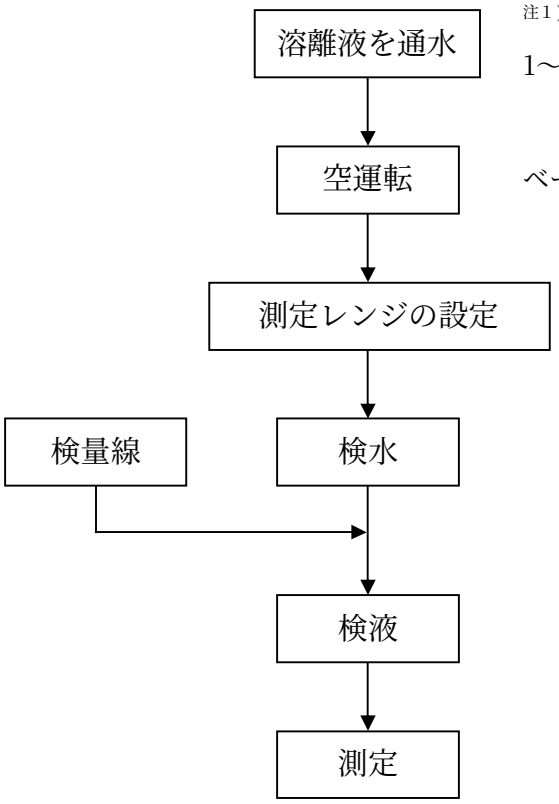


注１）窒素として 100μg 以上の場合には試験溶液の量を適宜減らし、水を加えて 25mL として用いる。

注２）液温が 20～25℃のとき約 30 分間で発色は最高になり、その後約 30 分間は安定である。

6．4．5　アンモニウムイオン分析フロー図

イオンクロマトグラフ法

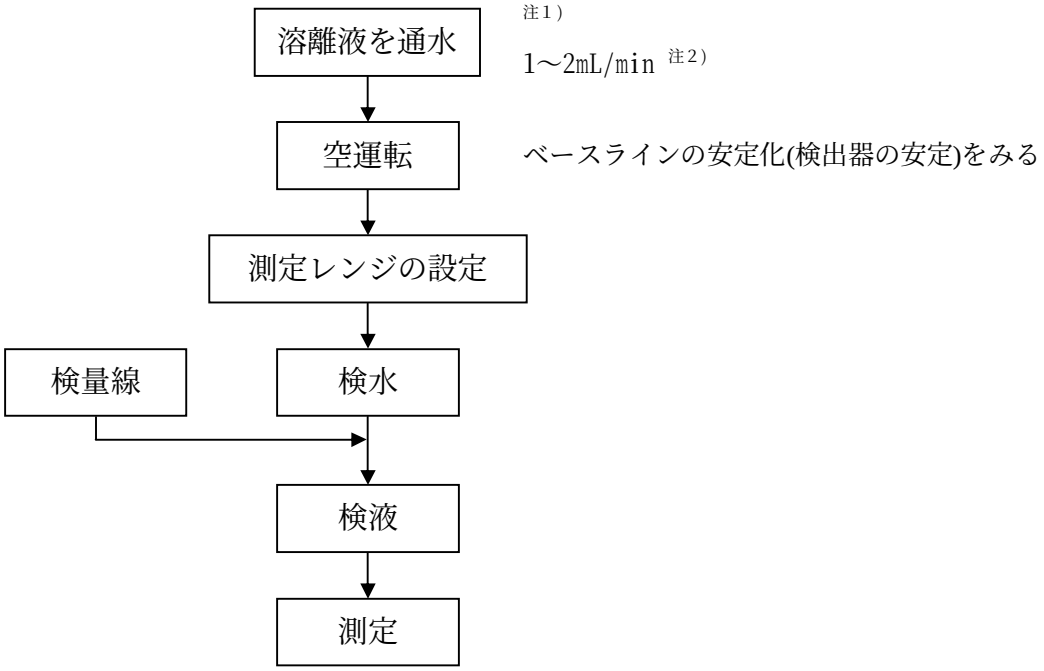


注 1）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

注 2）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

６．４．６　カルシウムイオン分析フロー図

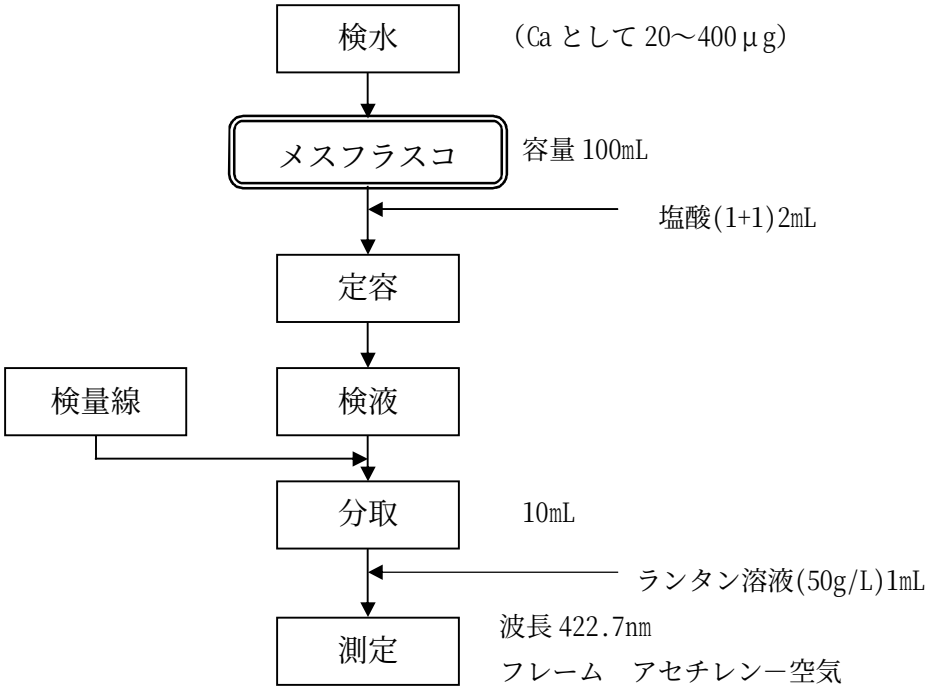
イオンクロマトグラフ法



注 1）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

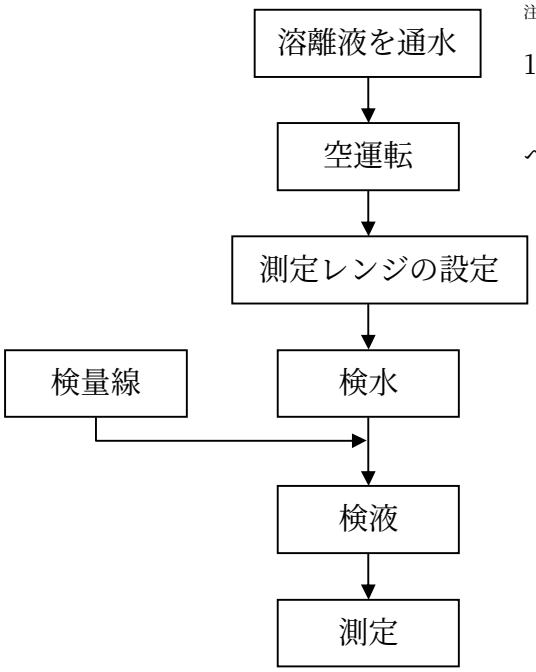
注 2）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

フレーム原子吸光光度法



6．4．7　ナトリウムイオン分析フロー図

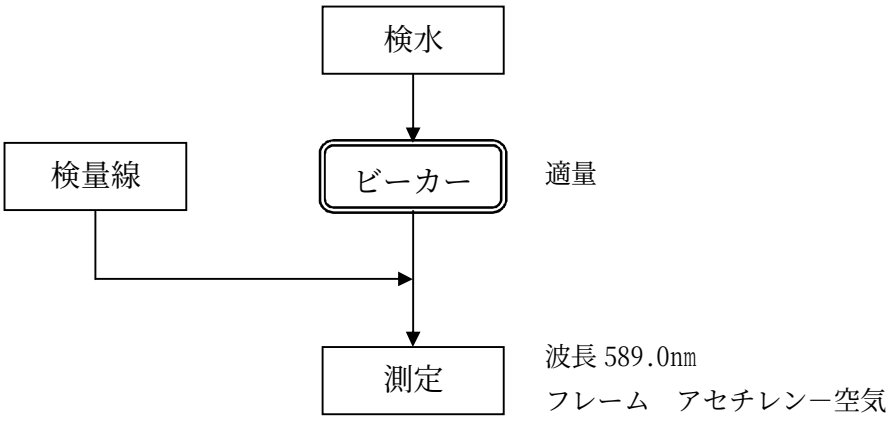
イオンクロマトグラフ法



注 1）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

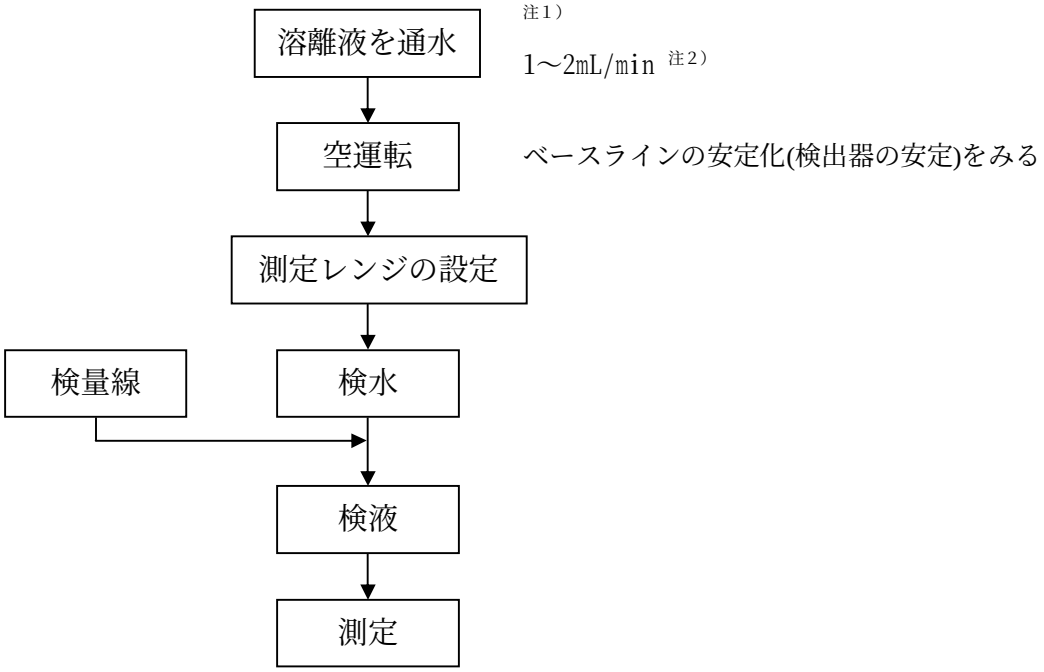
注 2）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

フレーム原子吸光光度法



6．4．8　マグネシウムイオン分析フロー図

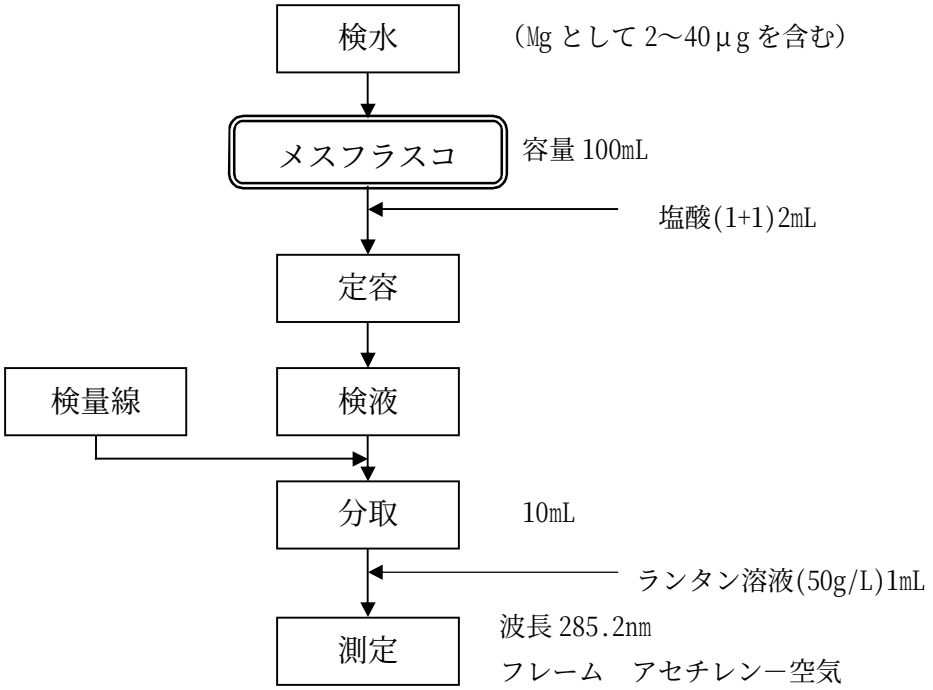
イオンクロマトグラフ法



注 1）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

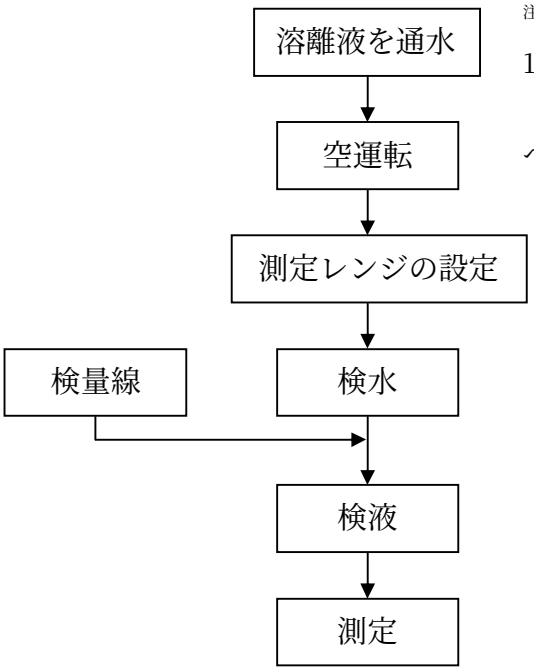
注 2）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

フレーム原子吸光光度法



6．4．9　カリウムイオン分析フロー図

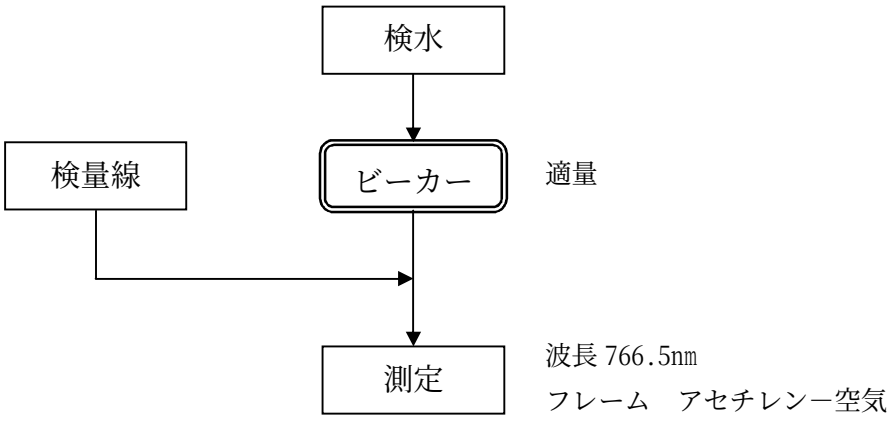
イオンクロマトグラフ法



注１）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

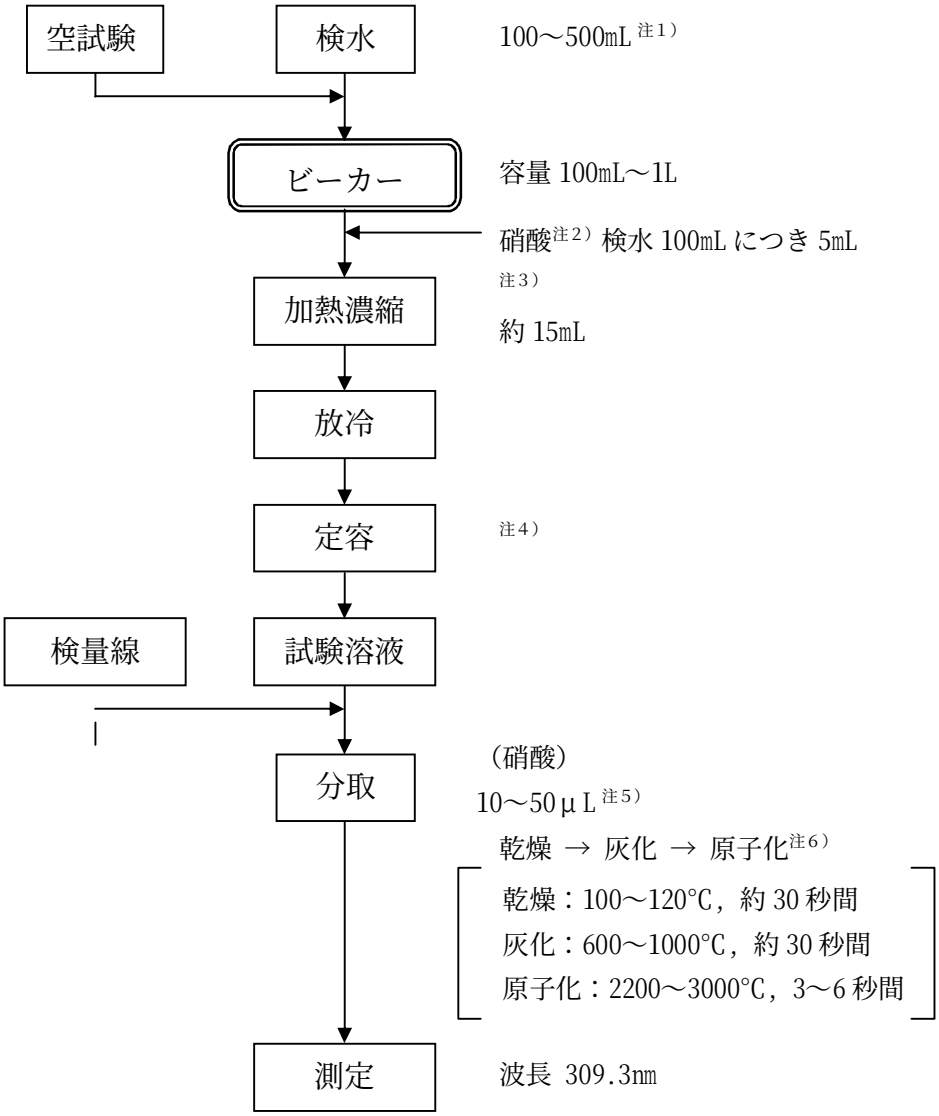
注２）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

フレーム原子吸光光度法



６．４．１０　全アルミニウム分析フロー図

原子吸光光度法(フレームレス)



注１）定量下限値等を考慮して、最適量を決める。最大で 500mL 程度とする。

注２）塩酸を用いてもよい。

注３）加熱にはホットプレートが便利である。

注４）低濃度試料では、検水の 1/10 またはそれ以下とする。

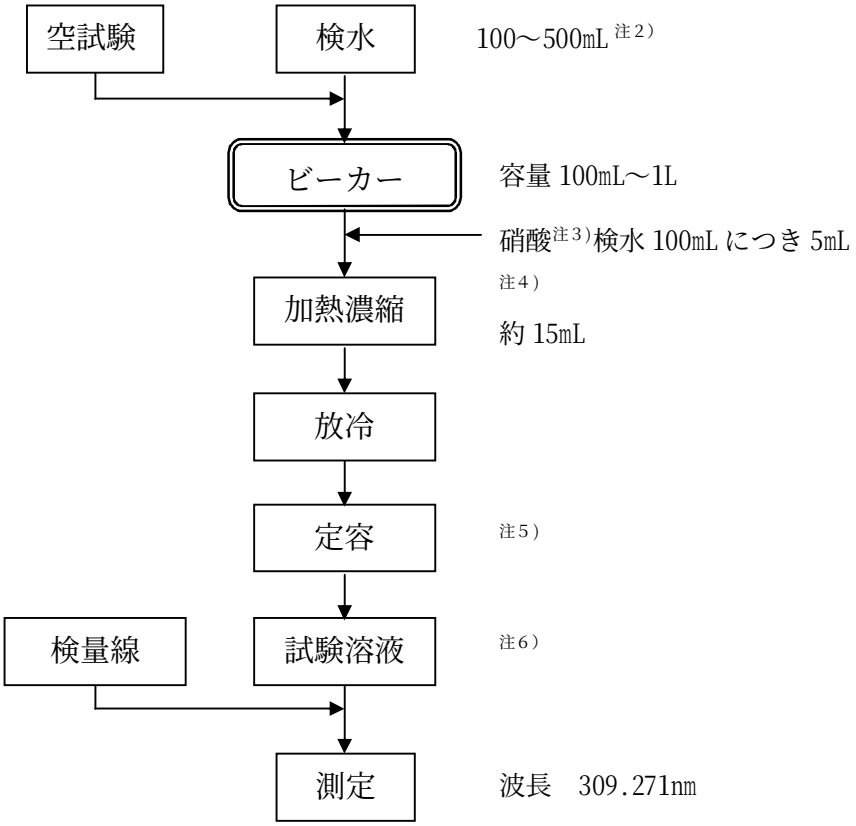
注５）マイクロピペット又はオートサンプラーを使用する。マイクロピペットは測定者の習熟度によって再現性が左右されやすい。

注６）乾燥、灰化、原子化の条件は装置によって異なる。また、検液の注入量及び共存する塩類の濃度によっても条件は異なることがある。

６．４．１０　全アルミニウム分析フロー図

ICP 発光分析法

検量線法[注1)]



注１）塩類濃度が高い場合には、標準添加法を用いる。

注２）定量下限値等を考慮して、最適量を決める。最大で 500mL 程度とする。

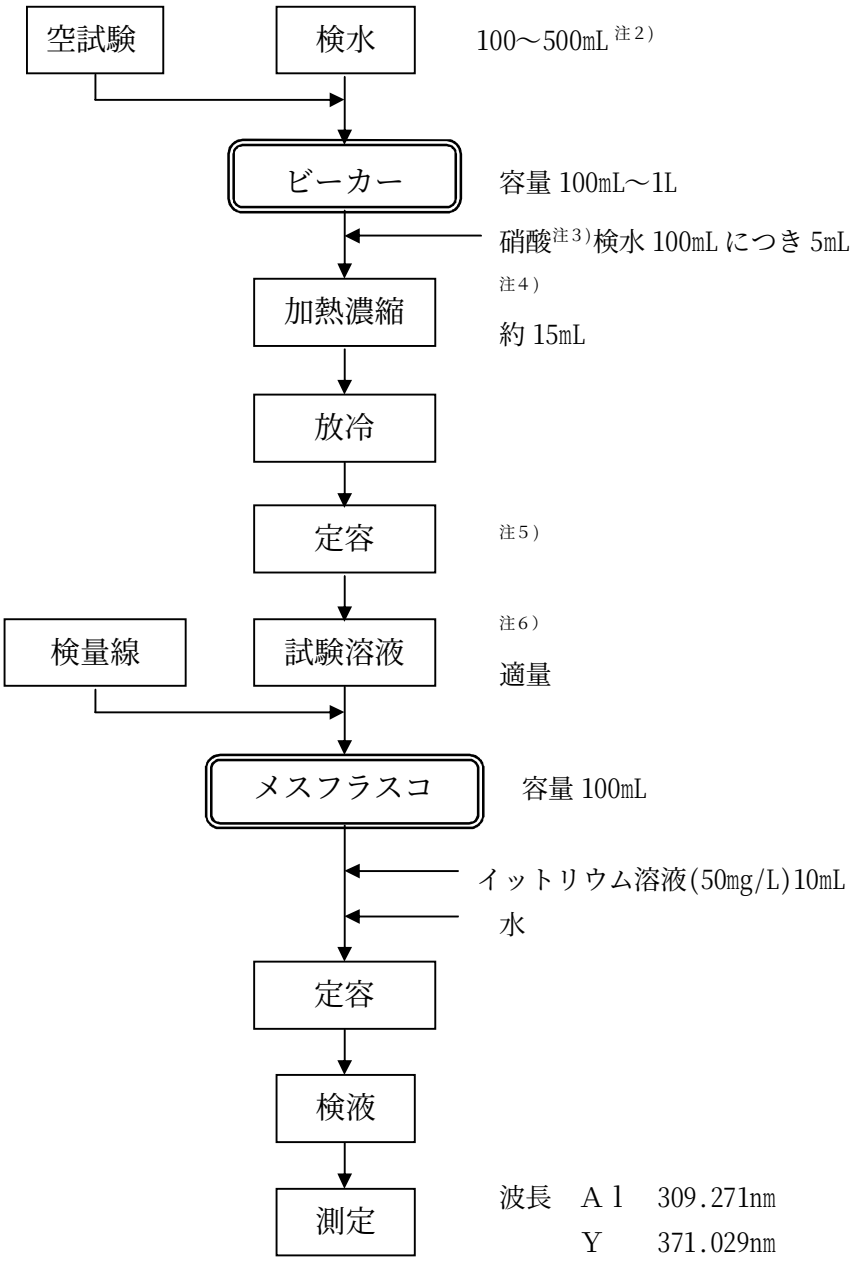
注３）塩酸を用いてもよい。

注４）加熱にはホットプレートが便利である。

注５）低濃度試料では、検水の 1/10 またはそれ以下とする。

注６）0.1～0.5mol/L の硝酸溶液とする。

内標準法[注1)]



注１）塩類濃度が高い場合に用いる。

注２）定量下限値等を考慮して、最適量を決める。最大で 500mL 程度とする。

注３）塩酸を用いてもよい。

注４）加熱にはホットプレートが便利である。

注５）低濃度試料では、検水の 1/10 またはそれ以下とする。

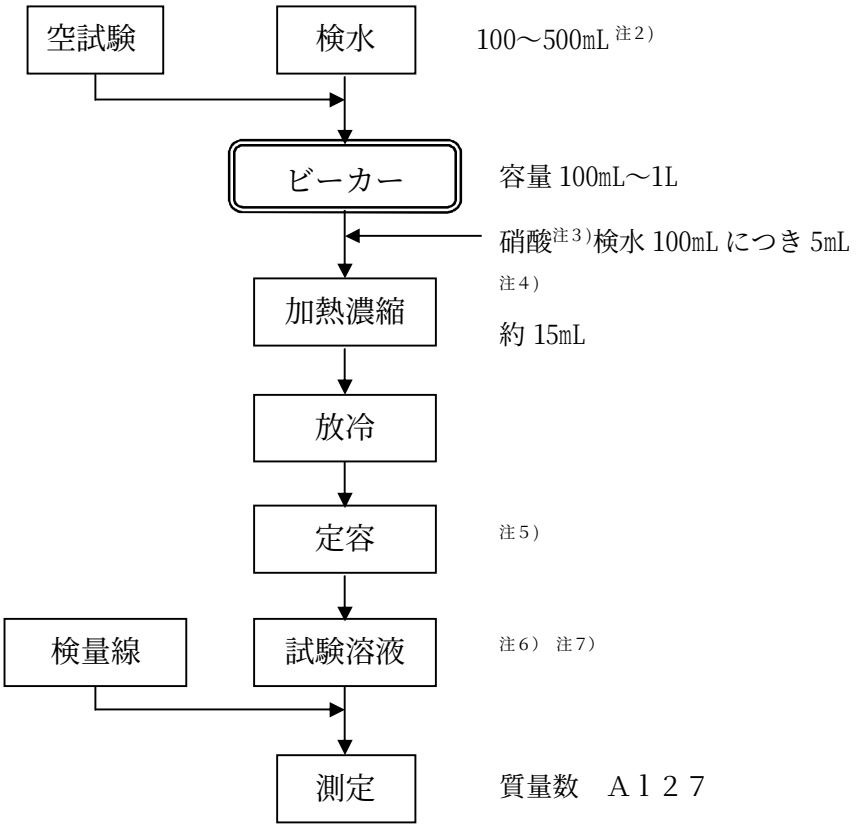
注６）0.1～0.5mol/L の硝酸溶液とする。

６．４．１０　全アルミニウム分析フロー図

ICP 質量分析法

質量数　アルミニウム 27，イットリウム 89，インジウム 115

検量線法[注1)]



注１）塩類濃度が高い場合には、標準添加法を用いる。

注２）定量下限値等を考慮して、最適量を決める。最大で 500mL 程度とする。

注３）塩酸を用いてもよい。

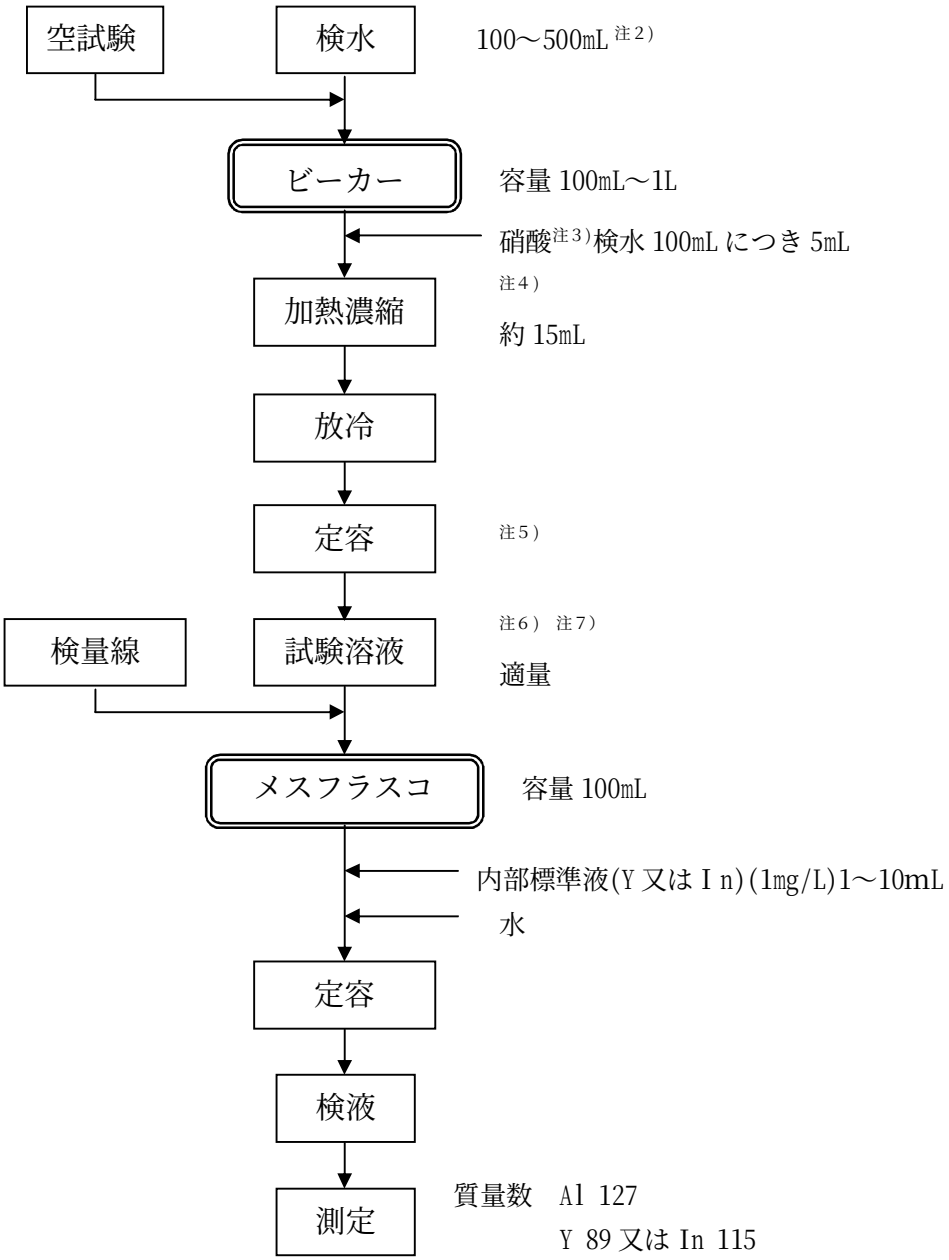
注４）加熱にはホットプレートが便利である。

注５）低濃度試料では、検水の 1/10 またはそれ以下とする。

注６）試料中の測定元素の濃度が 0.05mg/L 以下となるように水で希釈する。また、試料中のナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウムなどの濃度が高い場合には、試料中のナトリウム，カリウム，マグネシウム，カルシウムの全濃度が 0.1%以下になるように水で希釈する。

注７）0.1～0.5mol/L の硝酸溶液とする。

内標準法[注1)]



注１）マトリックスの影響が無視できない場合に用いる。

注２）定量下限値等を考慮して、最適量を決める。最大で 500mL 程度とする。

注３）塩酸を用いてもよい。

注４）加熱にはホットプレートが便利である。

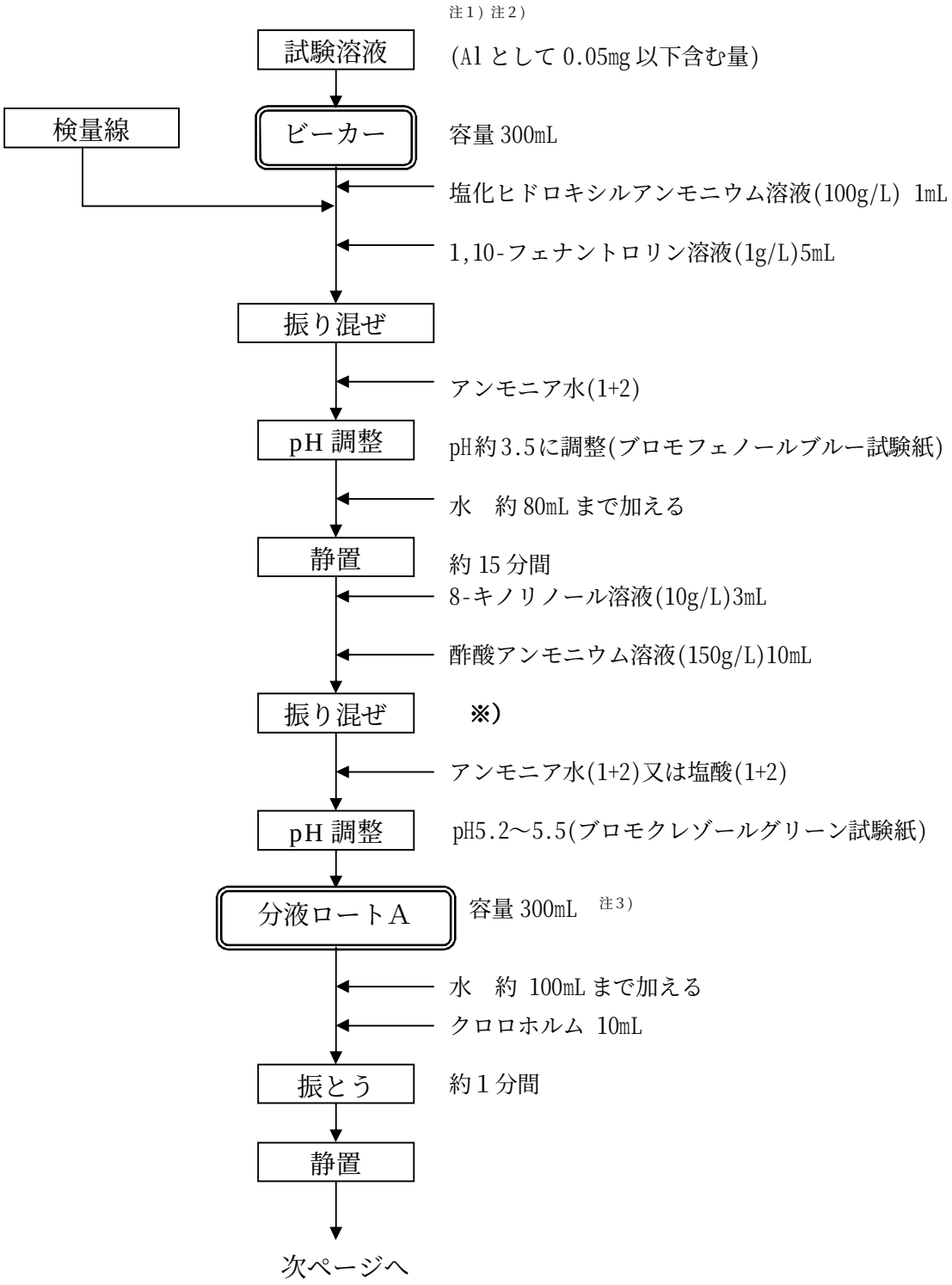
注５）低濃度試料では、検水の 1/10 又はそれ以下とする。

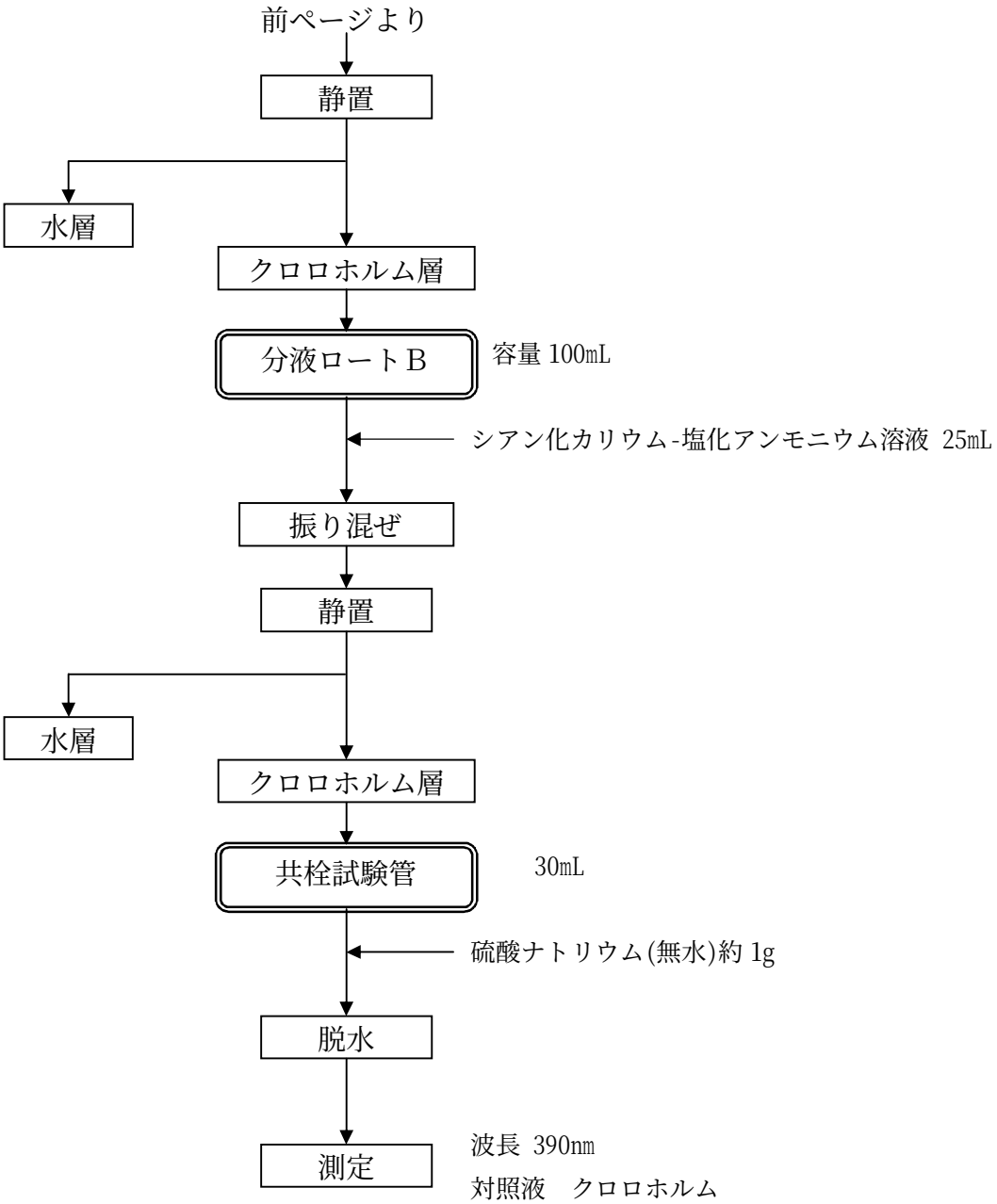
注６）試料中の測定元素の濃度が 0.05㎎/L 以下となるように水で希釈する。また、試料中のナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウムなどの濃度が高い場合には、試料中のナトリウム，カリウム，マグネシウム，カルシウムの全濃度が 0.1%以下になるように水で希釈する。

注 7）0.1～0.5㏖/L の硝酸溶液とする。

6．4．10　全アルミニウム分析フロー図

キノリノール吸光光度法





注１）有機物が少ない試料には、試料 100mL につき塩酸 5mL を加え、静かに加熱して、液量が約１／５になるまで濃縮してもよい。

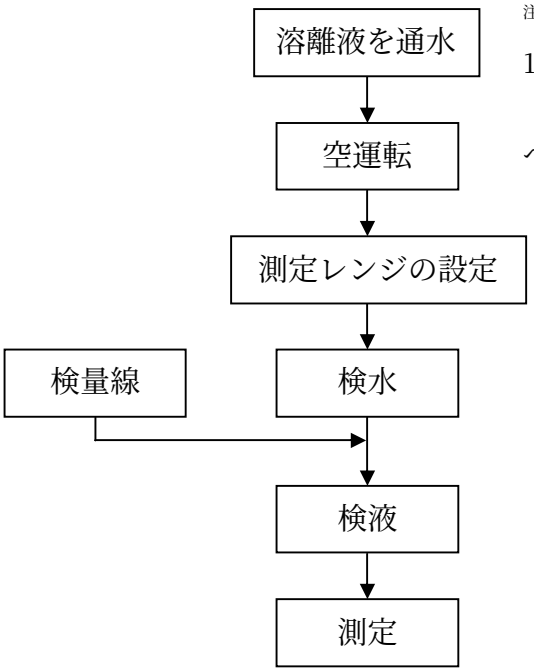
注２）一般に試料は 50～100mL とし、最大 500mL 程度とする。

注３）あらかじめ分液ロートの 100mL 位置に印を付けておく。

※）　チタン，モリブデン等が含まれている場合には、※）の操作で銅，ニッケル，コバルト等を除いた後、さらにｐＨ10 のアンモニアアルカリ性塩化アンモニウム溶液（50g/L）25mL 酸化水素（30%）2mL を加えた溶液でクロロホルム層を洗浄する。この方法では、鉄 0.45mg までの存在は影響しない。

６．４．１１　硝酸イオン分析フロー図

イオンクロマトグラフ法

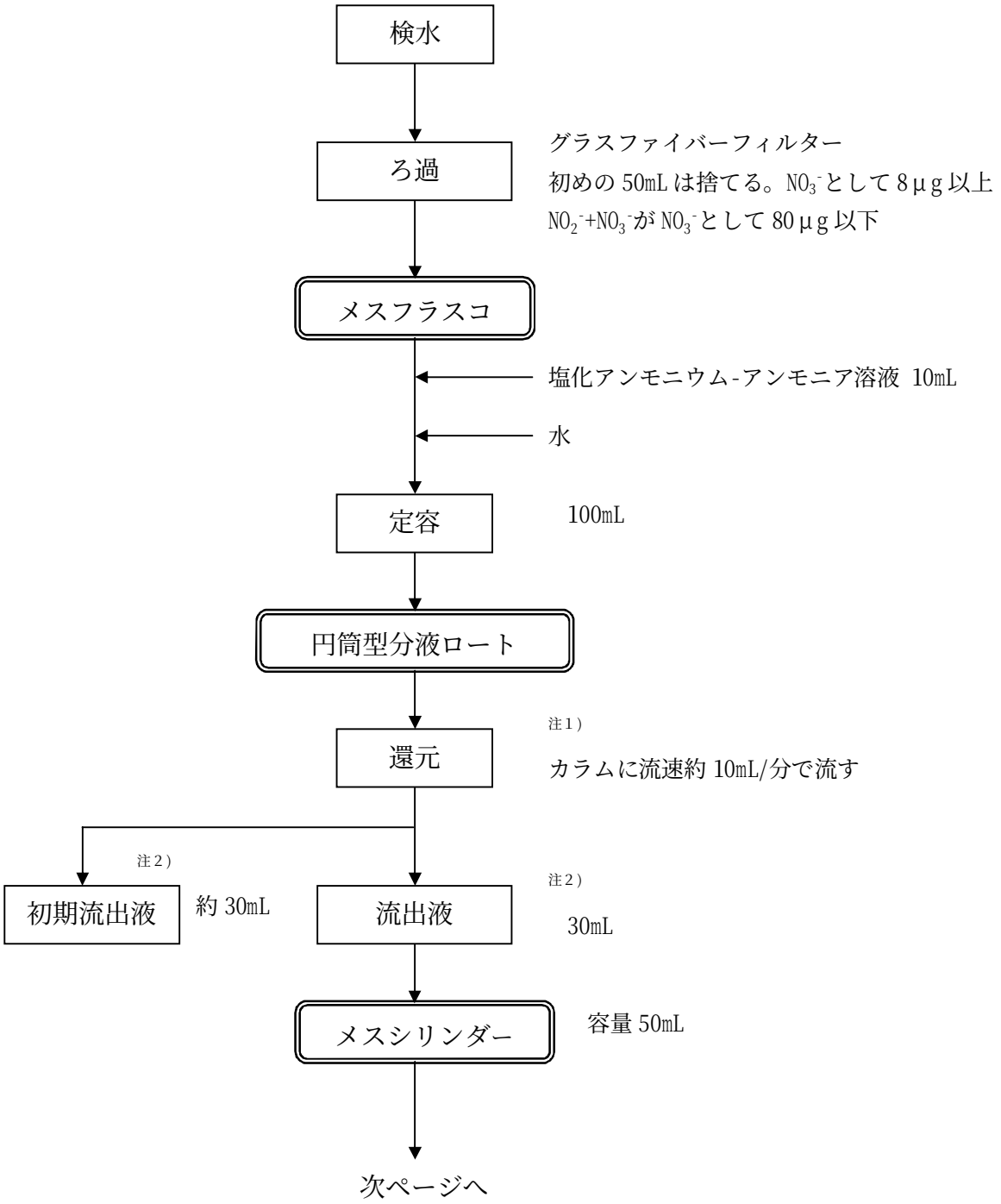


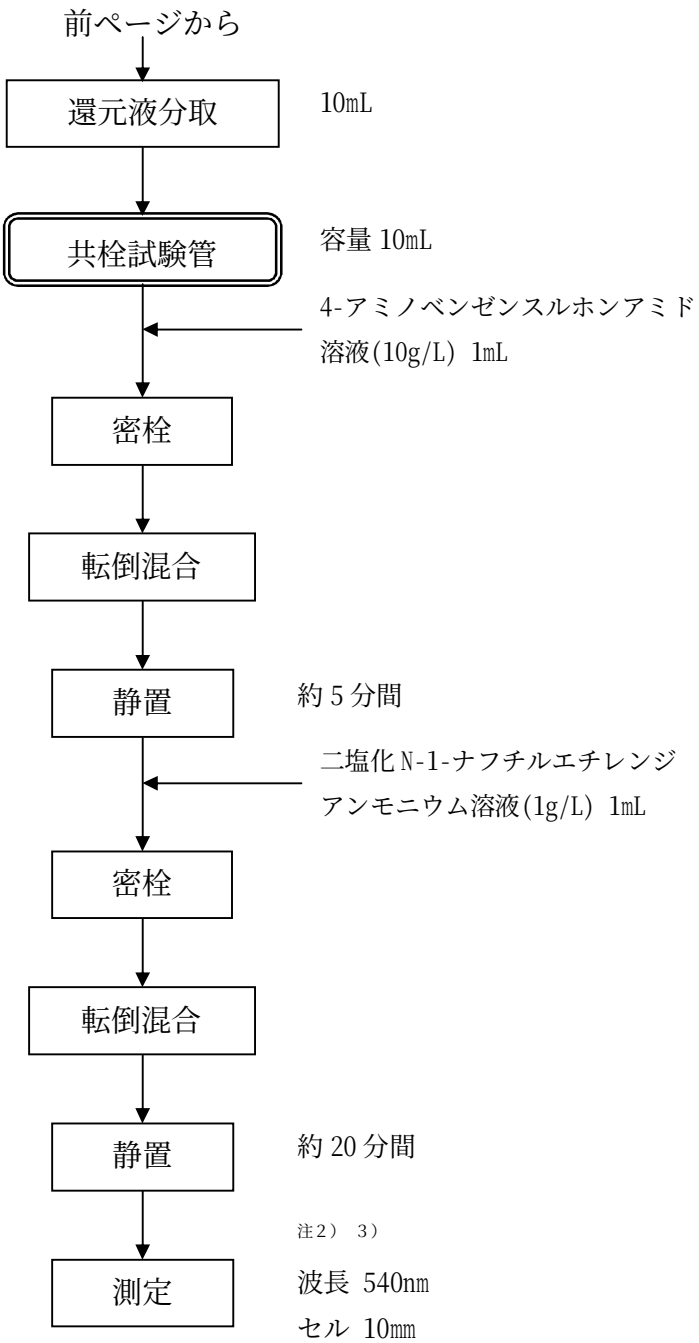
注１）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

注２）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

６．４．１１　硝酸イオン分析フロー図

銅-カドミウムカラム還元-ナフチルエチレンジアミン吸光光度法





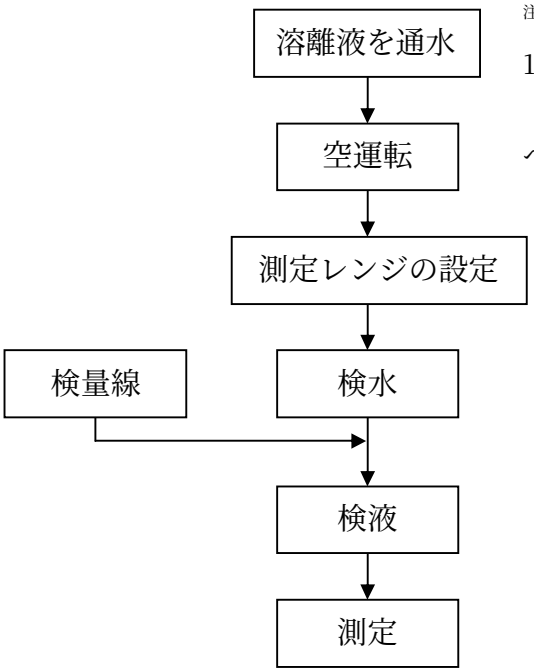
注１）液面を充てん剤よりわずかに上部に保つ。

注２）流出廃液及び検液中には高濃度のカドミウムが含まれるので廃液処理に留意する。

注３）検水の測定前に検量線の測定を行い、同濃度の亜硝酸態窒素の吸光度と比較し、硝酸態窒素が十分に亜硝酸態窒素に還元されていることを確認する。

６．４．１２　亜硝酸イオン分析フロー図

イオンクロマトグラフ法

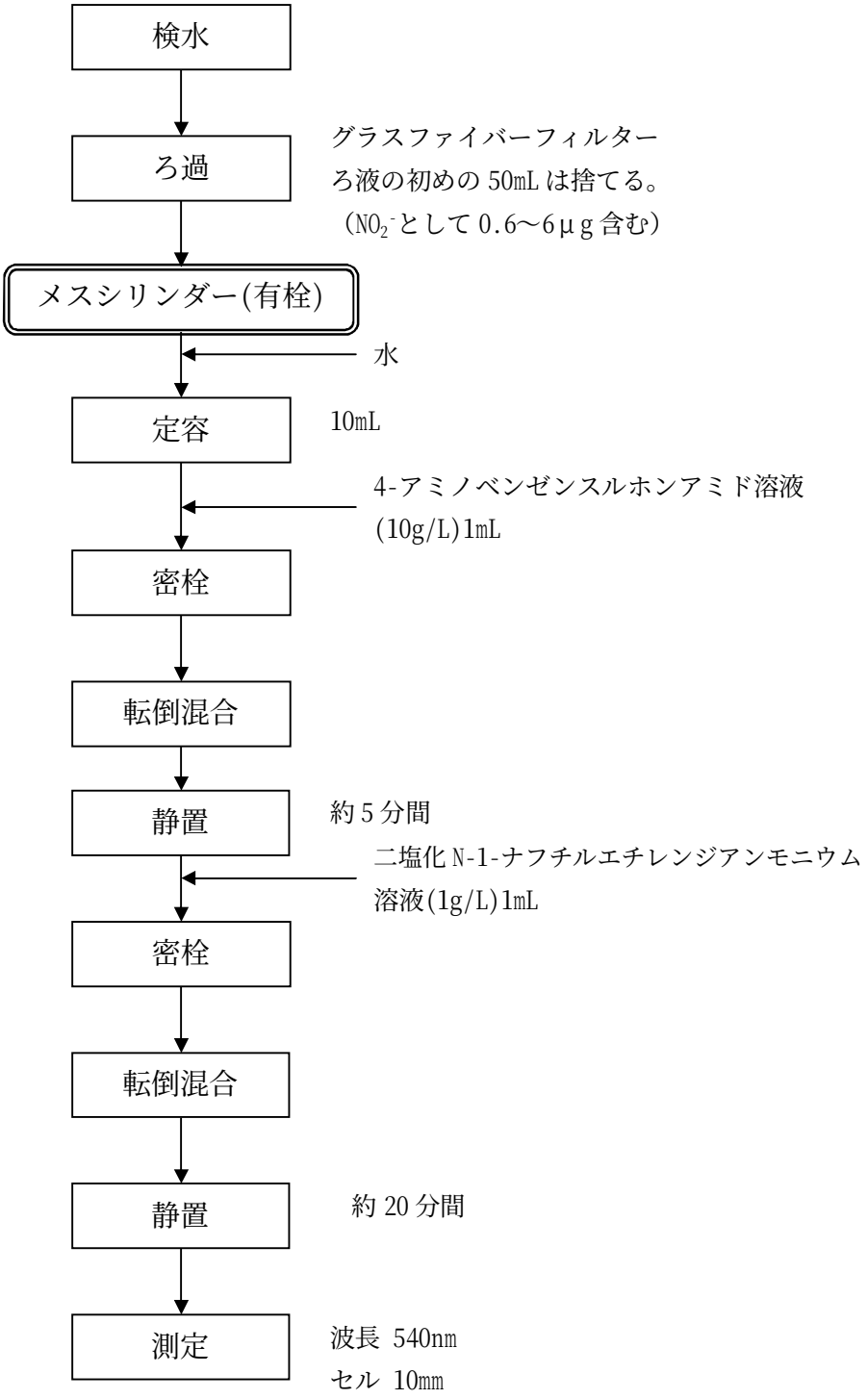


注１）装置が除去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

注２）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

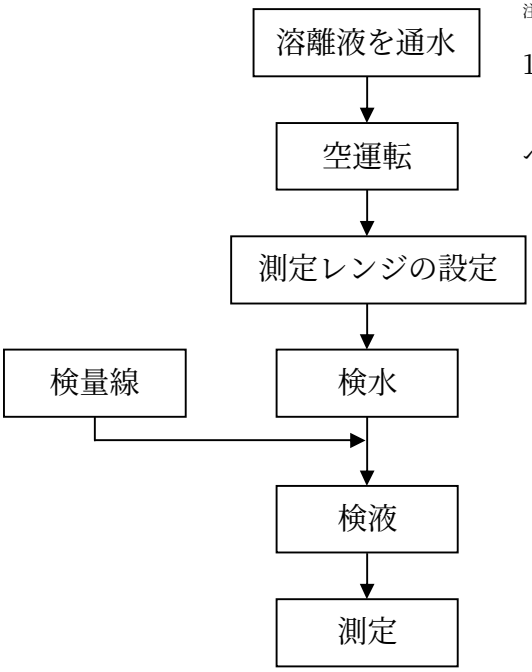
６．４．１２　亜硝酸イオン分析フロー図

ナフチルエチレンジアミン吸光光度法



６．４．１３　硫酸イオン分析フロー図

イオンクロマトグラフ法

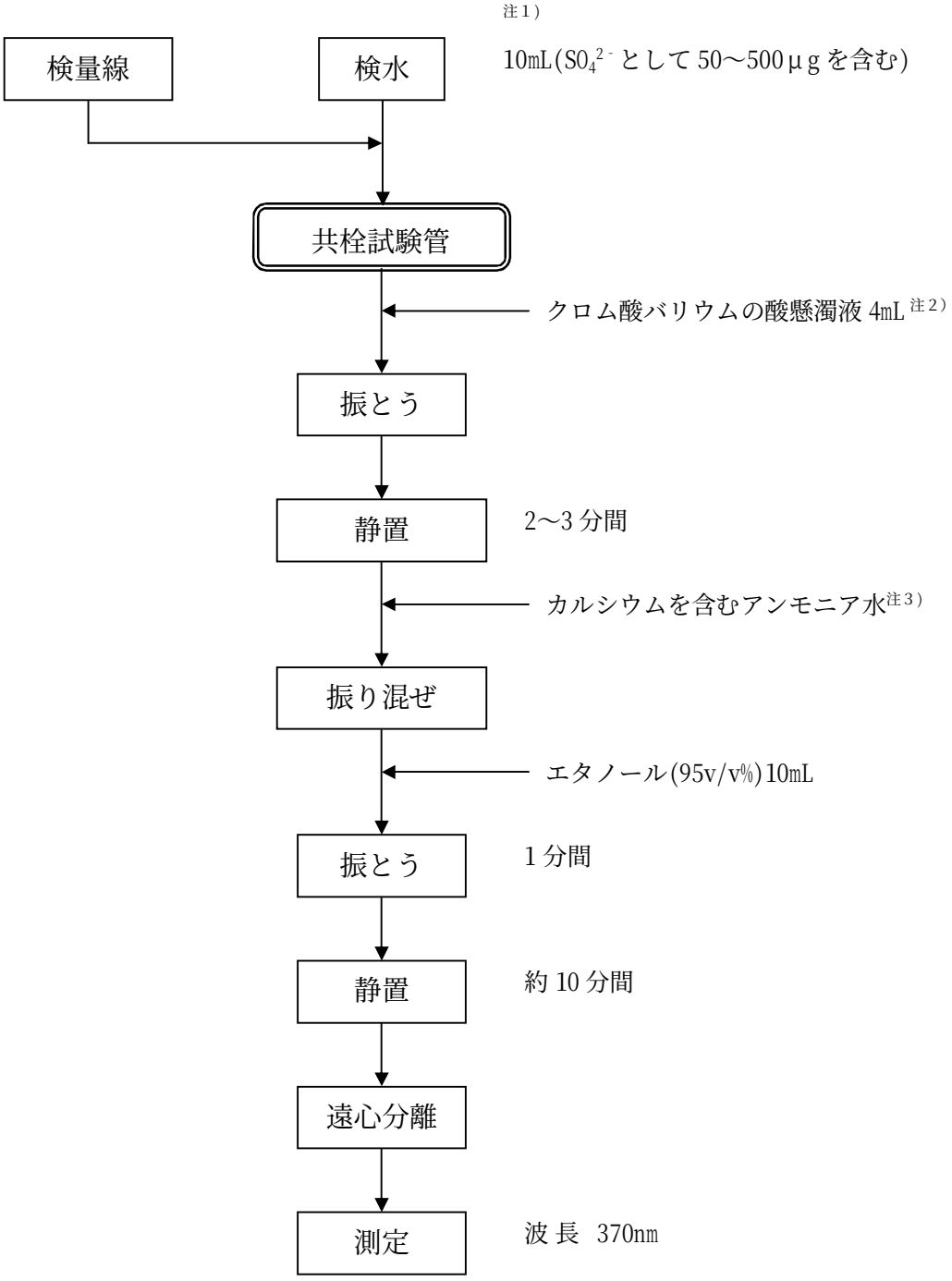


注１）装置が徐去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

注２）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

６．４．１３　硫酸イオン分析フロー図

比濁法(クロム酸バリウム吸光光度法)



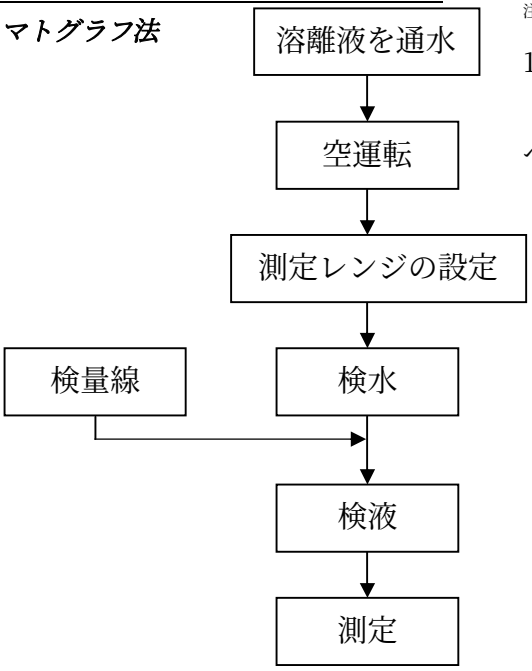
注 1）この試験方法は酸濃度が影響するので、検水が酸性又はアルカリ性の場合には中和してから試験を行う。また、測定中の検水温度は 20～30℃に保つようにする。

注２）クロム酸バリウムの酸懸濁液は 20～30℃に保つ

注３）上澄液をビュレット又はピペットで静かに加える。

６．４．１４　塩化物イオン分析フロー図

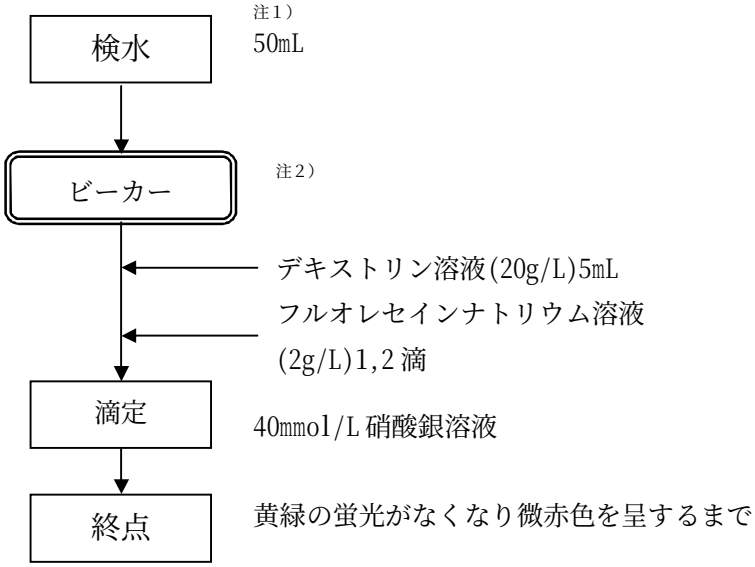
イオンクロマトグラフ法



注１）装置が徐去カラム装着型の場合、除去液も同時に流す。

注２）装置により異なるので、取扱説明書に従う。

硝酸銀滴定法

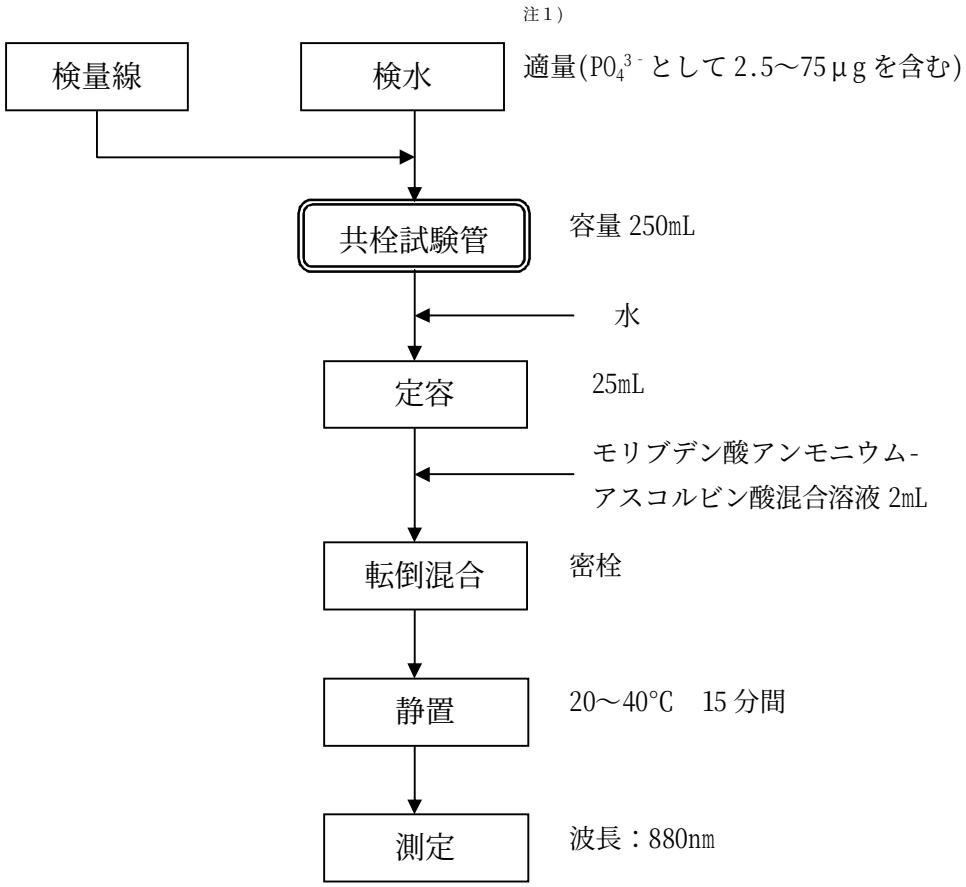


注１）試料に著しい濁りが認められる場合は、グラスファイバーフィルターでろ過し、最初のろ液約 50mL を捨て、次のろ液を検液とする。
滴定時のｐＨは 6.5～10.5 であることが望ましい。ｐＨがこの範囲外にあるときは炭酸ナトリウム(１g/L)又は硫酸(1+100)で中和しておく。

注２）下に白いフィルターなどを置いたコニカルビーカーを用いてもよい。

６．４．１５　りん酸イオン分析フロー図

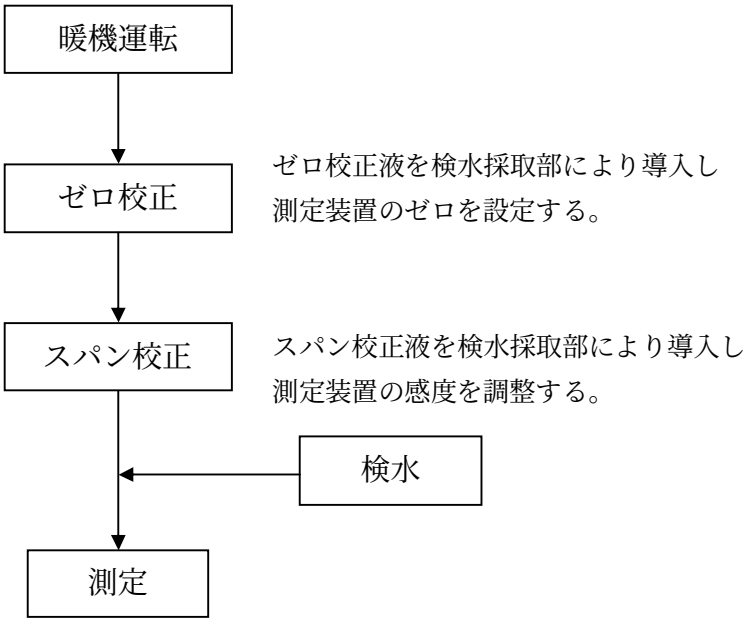
モリブデン青吸光光度法(アスコルビン酸還元)



注１）試料が中性付近でないときには、*p*-ニトロフェノール指示薬(1g/L)を加え、水酸化ナトリウム溶液(40g/L)又は硫酸(1+35)を用いて、わずかに黄色を呈するまで中和したものを検水とする。ただし、このときアルミニウムなどの水酸化物の沈殿が生じる場合には、沈殿が生じる直前で止める。この操作を行った場合、濃度計算のときに補正を要する。

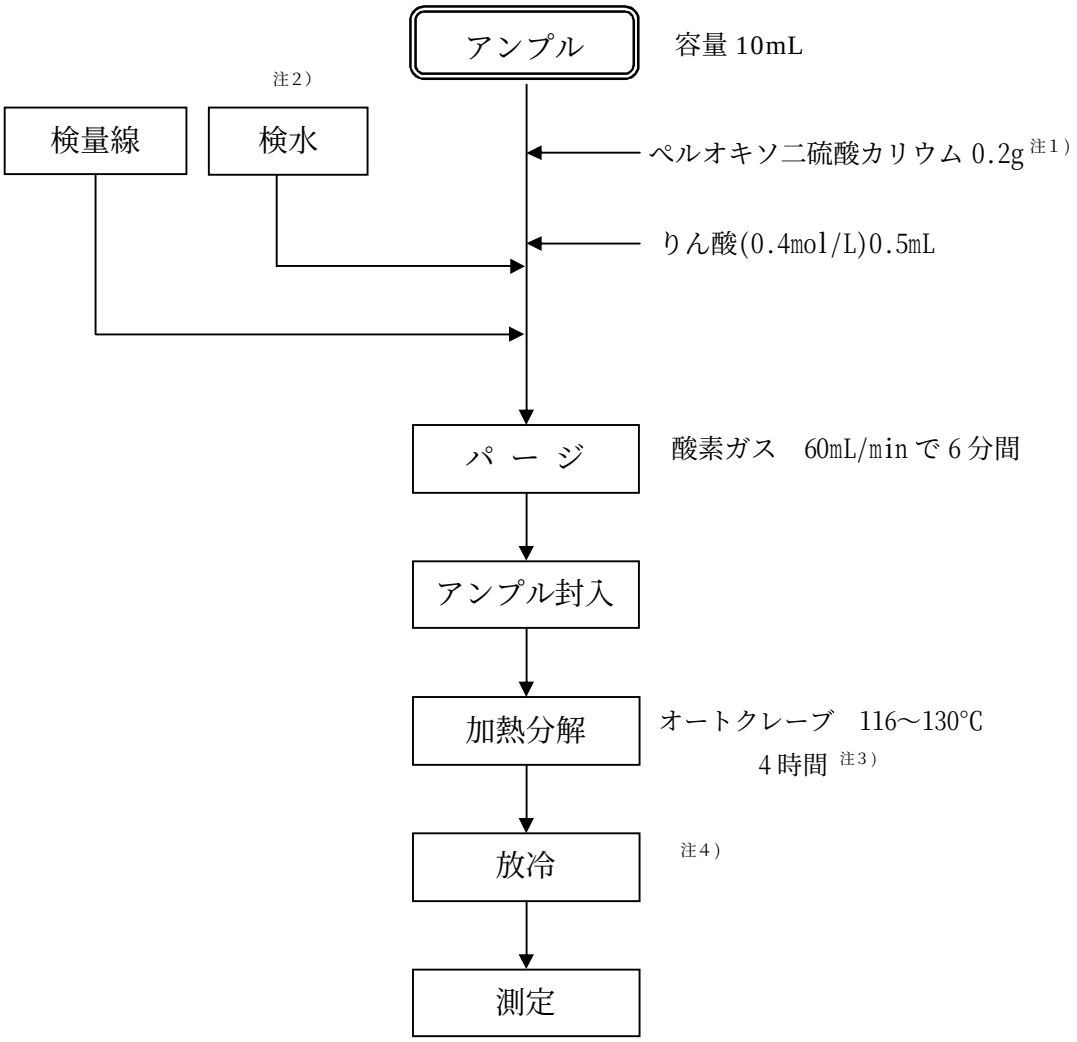
６．４．１６　溶解性有機態炭素(DOC)分析フロー図

燃焼酸化―赤外線式 TOC 自動計測法



６．４．１６　溶解性有機態炭素(DOC)分析フロー図

湿式酸化法



注１）　ペルオキソ二硫酸カリウム 0.2g が計り取れる専用の計量スプーンを使用すると便利である。

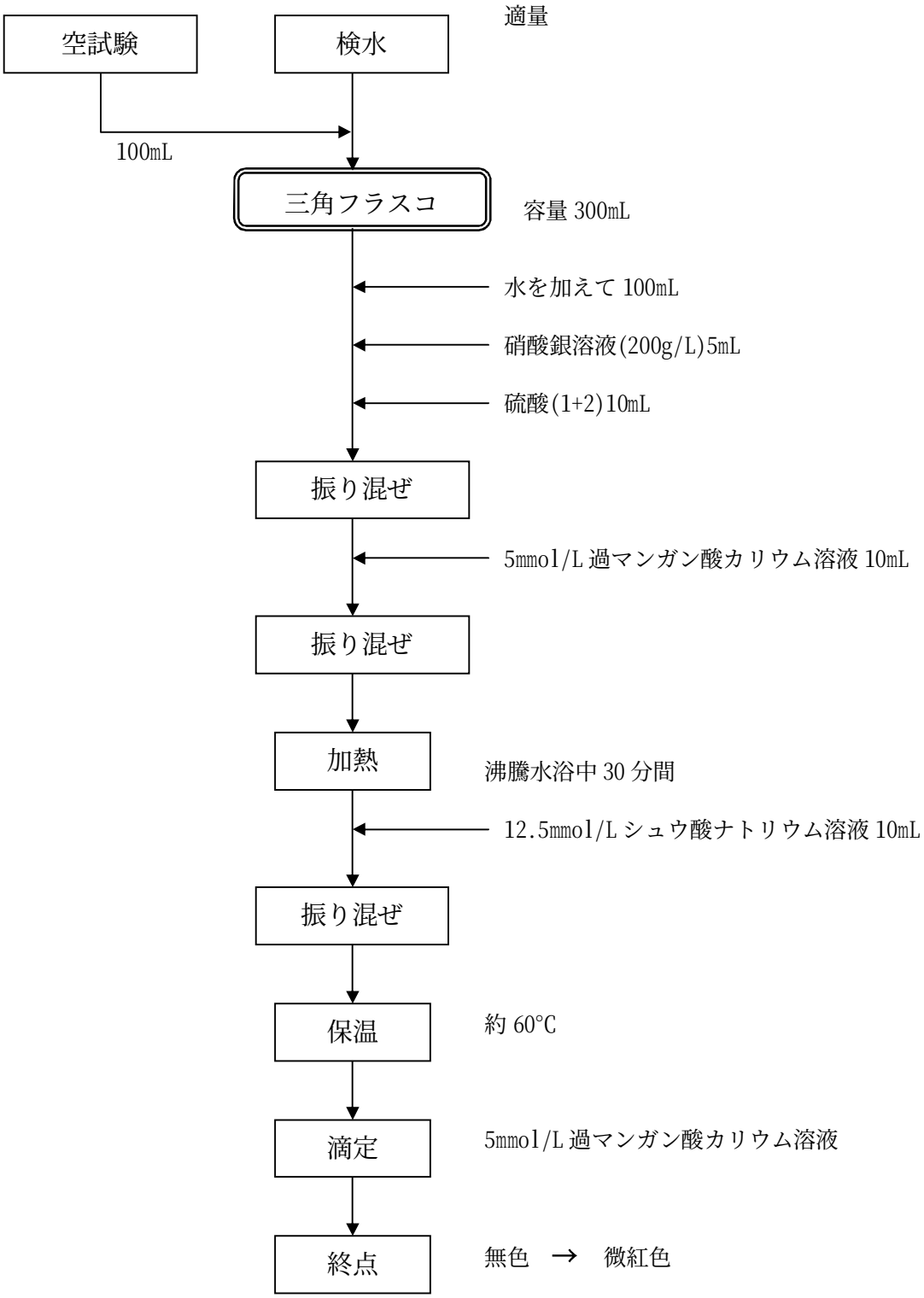
注２）　検水量は 5mL とする。試料が 50mg/L 以上の TOC を含む場合､その適量を 100mL のメスフラスコにとり、水を標線まで加え検水とする。

注３）　急激な温度上昇によりアンプルが破損することがあるので、徐々に温度と圧力を上げる。

注４）　温度と圧力を徐々に下げる。

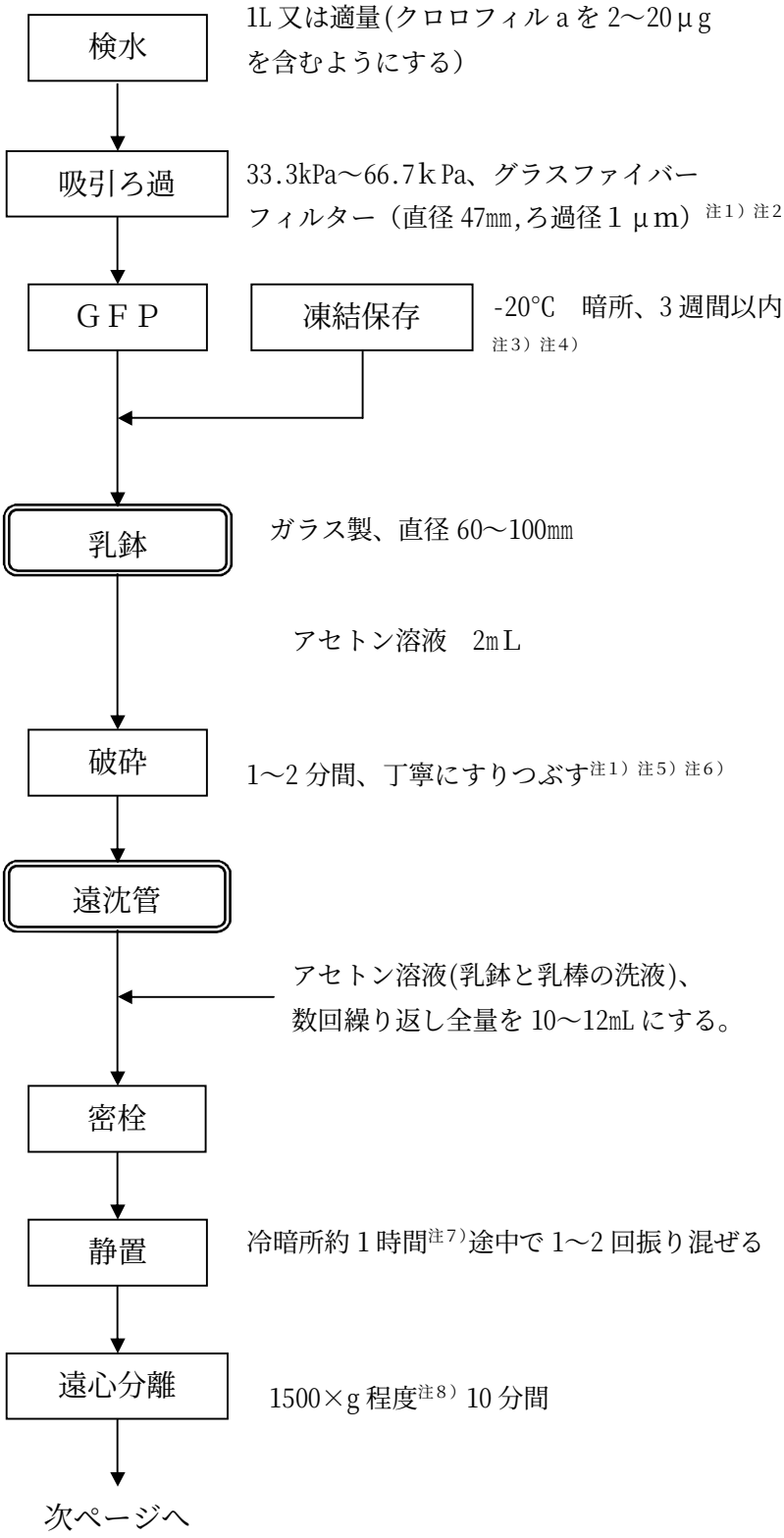
６．４．１７　化学的酸素要求量(COD_{Mn})分析フロー図

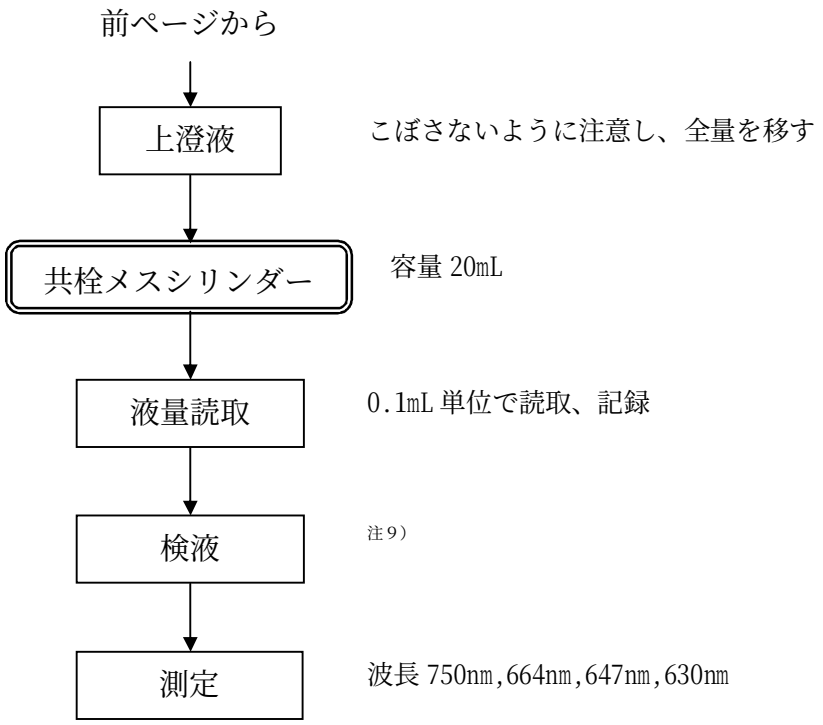
100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量



６．４．１８　クロロフィル分析フロー図

SCOR/UNESCO 法





注 1）クロロフィルは光によって分解しやすいので、前処理操作中は強い光を避けること。

注２）ろ過が終わってから、さらに数分間吸引を続けて水を切る。

注３）グラスファイバーフィルターは植物プランクトンを補集した面を内側にして二つに折り、フィルターなどに包み(後で検体を取り違えないように必要事項を記入しておく)、シリカゲルを乾燥剤にした褐色デシケーターに入れて冷凍庫に保存する。

注４）凍結させるのにドライアイスを用いると、炭酸のためにクロロフィルがフェオフィチン化されるおそれがあるので使わないこと。

注５）乳鉢の代わりにテッシュグラインダー、音波発生装置を用いて破砕してもよい。

注６）植物プランクトンの細胞膜を破壊してクロロフィルを抽出しやすくするためである。

注７）緑藻や藍藻に含まれるクロロフィルはアセトン溶液に抽出されにくいので、これらの藻類が優占していると考えられる場合には、静置時間を 2～3 時間にした方がよい。

注８）遠心分離の遠心力(×g)は使用する遠心分離機の回転部の半径 r と回転数 N から次式によって求められる。

遠心力 (×g)＝$0.00001118rN^2$

注９）検液は保存せず、直ちに測定する。